

# TiAl<sub>6</sub>V<sub>4</sub> 合金单轴拉伸表面形态 微观变化的 AFM 连续观察\*

李 炎<sup>1</sup> 阿部武治<sup>2</sup>

1. 河南科技大学 材料科学与工程学院, 洛阳 471003; 2. Tsuyama National College of Technology, Tsuyama, Japan

**摘要** 用原子力显微镜对 TiAl<sub>6</sub>V<sub>4</sub> 合金拉伸塑性变形中表面褶皱的形成及滑移变形进行了连续观察和测量. 结果表明, 表面褶皱随着应变变量  $\epsilon$  的增加而增大, 而凹凸的相对位置关系不随变形的进行而变化; 表面平均粗糙度和表面最大高低差随  $\epsilon$  的增加近似成 S 曲线增大; 滑移主要发生在密排六方  $\alpha$  相中,  $\epsilon < 0.07$  时变形主要以 1 次滑移为主,  $\epsilon > 0.07$  时 2 次滑移参与变形; 一次滑移台阶随  $\epsilon$  的增大而增大, 但  $\epsilon \leq 0.07$  几乎呈直线增加, 而  $\epsilon > 0.07$  增加速率逐渐减慢.

**关键词** TiAl<sub>6</sub>V<sub>4</sub> 合金 拉伸变形 表面形态 滑移 原子力显微镜

TiAl<sub>6</sub>V<sub>4</sub> 合金具有重量轻、强度高、耐腐蚀等优点. 被广泛用作结构材料, 功能材料, 生物金属材料等. 有关该合金的研究虽不少<sup>[1-4]</sup>, 但伴随塑性变形合金自由表面形态的变化、表面褶皱形成等研究尚未见报道. 本文用原子力显微镜(AFM)对该合金的单轴拉伸变形行为进行了定点连续观察, 并在微米量级上测量了表面粗糙度的变化, 在纳米量级上测量了滑移台阶的变化, 探讨了应变变量与变形行为、表面粗糙度等的关系.

## 1 试验方法

试验用材为 1 mm 厚的 TiAl<sub>6</sub>V<sub>4</sub> 合金板材, 拉伸试样的长轴方向沿轧制方向经线切割制成, 形状尺寸如图 1 所示. 拉伸试样分为两组, 分别经 600 和 700℃ 真空退火 2 h 后进行电解抛光, 电解液组成为乙醇: 甲醇: 高氯酸 = 10: 6: 1, 采用不锈钢阴极, 电压 20—40 V, 温度 -40—-20℃.

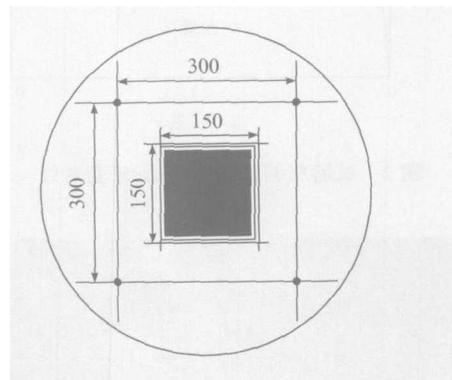
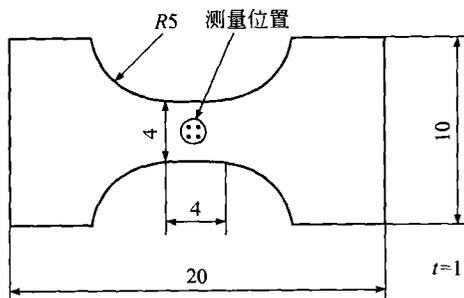


图 1 试验样品及观察区域

(a) 拉伸试样形状及尺寸, (单位 mm); (b) AFM 观察区域, (单位  $\mu\text{m}$ )

2005-01-24 收稿, 2005-04-08 收修改稿

\* 日本文部科学省纳米技术综合项目(No. RZ0252)和日本文部科学省科学研究费补助金基盘研究((C)No. 14550079-0012)资助  
E-mail: liyan@mail.haust.edu.cn

为了保证连续观察时视域不变, 拉伸前用显微硬度计在拉伸试样中心部位  $300\ \mu\text{m} \times 300\ \mu\text{m}$  区域的4个顶点处留下压痕作标记(图1(a)中黑点), 这些压痕同时又作为测量塑性应变量的标尺使用. AFM观察范围如图1(b)黑区所示( $300\ \mu\text{m} \times 300\ \mu\text{m}$  区域内的  $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ ).

拉伸试验使用日本岛津 DSS-5000 型万能试验机, 拉伸速度  $0.5\ \text{mm}/\text{min}$ . 为了了解试验用材的强度特性, 首先把3个试样拉伸至出现缩颈, 取平均值做出应力-应变曲线. 观察采用拉伸-卸载-观察的方法, 在不同塑性应变下中断拉伸试验, 利用扫描探针显微镜(SPI3800 N, SPA300 HV)的原子力显微镜功能, 进行表面形态观察和粗糙度的三维定量测定. AFM的面分辨率为  $0.3\ \text{nm}$ , 高度方向分辨率为  $0.01\ \text{nm}$ .

## 2 试验结果及分析

图2为  $700^\circ\text{C}$ , 2 h 退火处理试样的工程应力-应变曲线. 中断拉伸试验进行观察时各观察点(与图2中圆点对应)的塑性应变分别为  $0.02, 0.04, 0.07, 0.11, 0.15$ . 图3显示出该合金变形前原始组织为

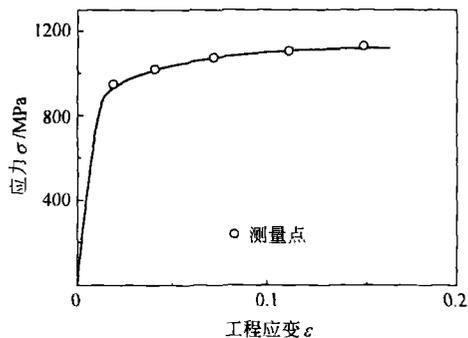


图2 试验材料的工程应力-应变曲线

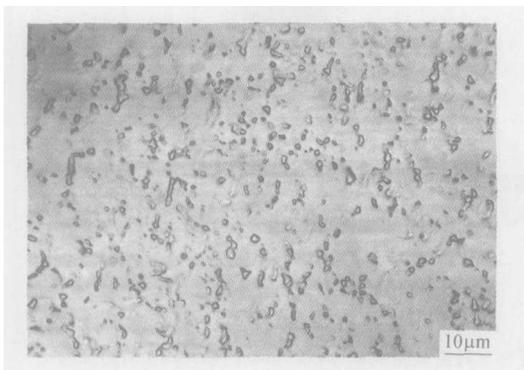


图3 原始组织的共焦点激光扫描显微镜像

密排六方结构的基体  $\alpha$  相及小块状体心立方结构  $\beta$  相,  $\beta$  相体积分数约占  $12\% - 15\%$ , 用截线法测得  $\alpha$  相和  $\beta$  相的平均晶粒直径分别为  $8$  和  $1\ \mu\text{m}$ .

### 2.1 自由表面形态随应变量的变化

试样同一区域  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  不同应变下自由表面形态的变化见图4, 图4中(a)~(d)为AFM像, 它虽是平面像, 但携带着三维信息, 图中颜色浓的区域为低凹区, 浅的区域为高凸区, 根据像下面的颜色域可以定量确定高低差; 图4(a')~(d')为三维重构像, 可以直观的看到三维形态, 拉伸轴如图中箭头所示.

从图4可以看出, 塑性变形使表面产生凹凸不平, 形成褶皱. 应变增加, 表面凹凸的高低差增大, 褶皱加剧, 但是凹凸的相对位置不随应变量的增加而改变. 这个结果和触针式表面粗糙度仪测定的结果一致<sup>[5-8]</sup>, 但后者是在  $\mu\text{m} - \text{mm}$  数量级上测量, 而AFM是在  $\text{nm} - \mu\text{m}$  数量级上测量. 图4的结果也与纯钛拉伸的结果一致<sup>[9-13]</sup>. 说明双相和单相材料在拉伸变形时, 自由表面褶皱的形成及长大方式是相同的, 即各晶粒的变形不均匀性以及变形中晶粒的转动.

### 2.2 表面粗糙度随应变量的变化

二维表面粗糙度用断面最大高度差  $Hf$  和中心线平均粗糙度  $Ra$  来表征, 平行于拉伸轴(X断面)表示为  $Hfx$  和  $Rax$ , 垂直于拉伸轴(Y断面)表示为  $Hfy$  和  $Ray$ . 三维表面粗糙度用表面最大高度差  $Hf_3$  和平均表面粗糙度  $Ra_3$  来表征.  $Hf_3$  是测量范围内  $z$  方向高度的最大值与最小值之差.  $Ra_3$  是根据中心线平均粗糙度参数  $Ra$  扩展为适合整个测量面的三维参数, 其定义是从基准面到测量面的偏差绝对值的平均值,

即  $Ra_3 = \frac{1}{S_0} \int_0^{y_1} \int_0^{x_1} |F(x, y) - z_0| dx dy$ , 其中  $S_0$  是测量范围的表面积,  $x_1, y_1$  分别是测量领域的范围,  $z_0$  是测定面  $z$  方向高度的平均值. 三维表面粗糙度的测定范围为  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ , 取两次测量的平均值. 二维表面粗糙度的测定范围也是  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ , 在平行于拉伸轴(X断面)和垂直于拉伸轴(Y断面)上分别随机的测出10个断面的粗糙度参数, 取平均值.

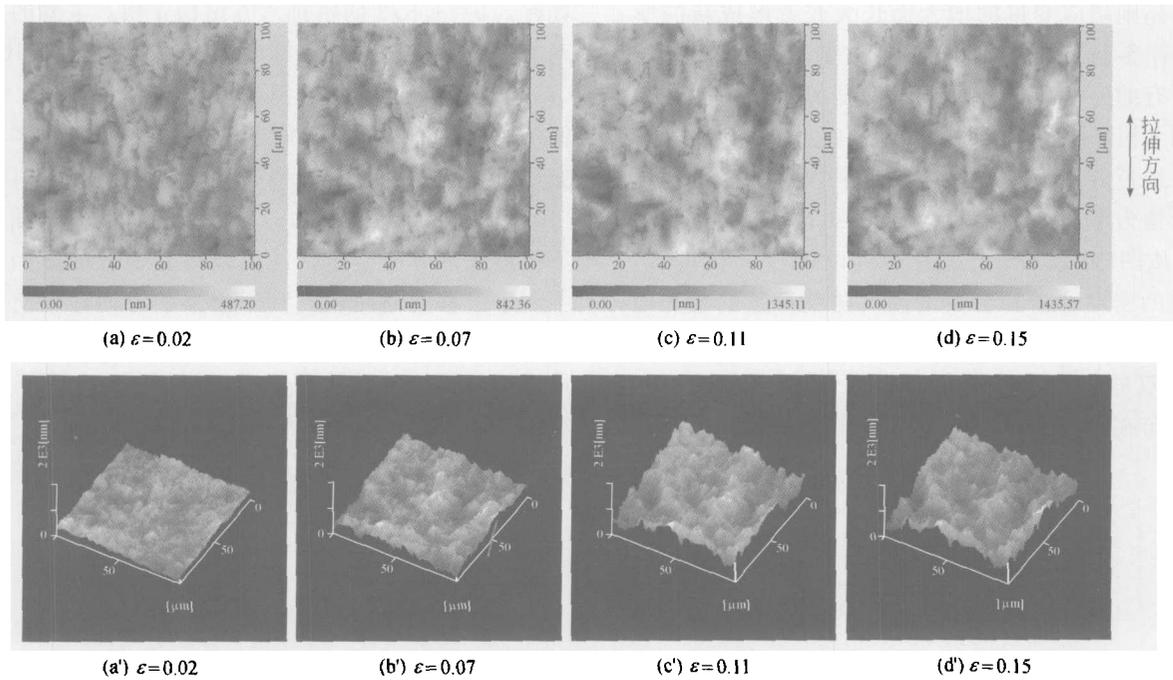


图4 显示表面形态变化的AFM像和三维重构像

范围  $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$

图5为粗糙度随应变变量 $\epsilon$ 增大而变化的测量结果,可以看出,随着 $\epsilon$ 的增加表面粗糙度增加,但是三维表面粗糙度 $Ra_3$ 和 $Hf_3$ 比两维断面粗糙度 $Rax$ 、 $Ray$ 和 $Hfx$ 、 $Hfy$ 大一倍,并且 $Ra-\epsilon$ 和 $Hf-\epsilon$ 曲线呈

明显的“S”型。两维粗糙度参数的变化,应变变量在0.07以下时,几乎呈直线形增加,并且X断面和Y断面的增加速率基本一样,应变变量在0.07以上时Y断面的粗糙度参数高于X断面。

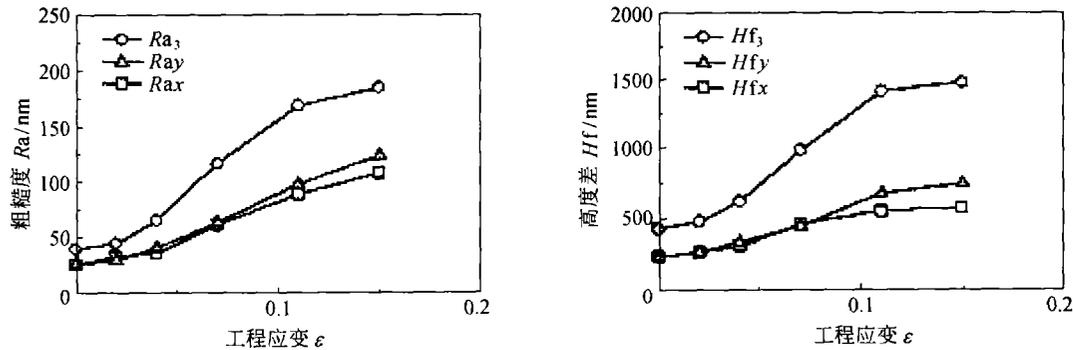


图5 表面粗糙度随应变量的变化曲线

范围  $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$

(a) 平均粗糙度; (b) 最大高度差

### 2.3 晶内滑移随应变量的变化

观察表明,变形初期,滑移优先在部分密排六方 $\alpha$ 相晶粒内或者晶界上产生,并且有时不止一个滑移系开动。随着变形量的增加,有些初始滑移带继续滑

移,有些则受到抑制,或者在某些晶粒内产生新的滑移带,这一过程大约持续到 $\epsilon=0.07$ 。之后,随着应变量的增加,在有些晶粒内出现二次滑移或者孪晶,二次滑移的扩展与一次滑移交互作用形成网状形

态; 孪晶则随应变量的增大而长大或者形成新的孪晶. 随着参与变形的晶粒越来越多,  $\epsilon = 0.15$  时, 几乎所有的  $\alpha$  相晶粒都有不同程度的变形, 但是未观察到  $\beta$  相晶粒的变形. 图 6 中白色箭头所指为滑移线, 黑色方尾箭头所指为二次滑移线, 黑色圆尾箭头所指为孪晶, 空心箭头所指为  $\beta$  相脱落留下的凹坑. 从图中可以看出, 滑移可以绕过  $\beta$  相进行, 滑移线的密度和滑移台阶的高度随变形量的增加而增大, 孪晶随应变量的增加而增多. 观察表明, 该试验用双相  $\text{TiAl}_6\text{V}_4$  合金,  $\beta$  相以细小弥散的微粒均匀分布在基体  $\alpha$  相中, 变形主要在  $\alpha$  相中进行.

具有  $c/a=1.573$  的密排六方结构  $\alpha$  相, 主要的滑移系有  $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ ,  $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$  和  $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ , 这些滑移系的滑移方向都为  $\langle 11\bar{2}0\rangle$ , 为了保持晶粒的连续性,  $c$  轴方向的变形主要依靠孪生变形. 已报道的孪晶类型有  $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ ,  $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$  和  $\{11\bar{2}X\}\langle X\rangle$  ( $X=1, 2, 3, 4$ )<sup>[13-15]</sup>, 孪晶变形不仅形成部分应变量, 还可以改变晶粒的取向, 使不利于滑移的晶面转到利于滑移的方向, 促使滑移继续进行. 弥散分布型两相合金的塑性变形机制, 可以用位错绕过机制和位错切割机制来解释, 从观察结果来看, 可能为位错绕过机制.

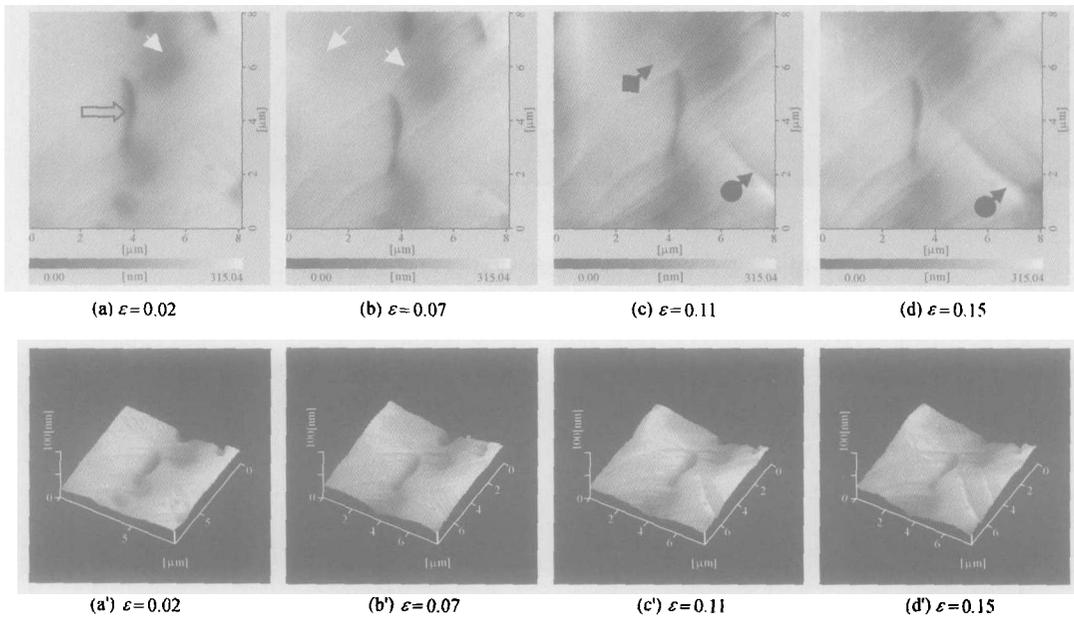


图 6 滑移台阶随应变量变化的 AFM 像和三维重构像

范围  $8\mu\text{m} \times 8\mu\text{m}$

## 2.4 滑移台阶随应变量的变化

为了定量评价滑移的表面形状特性, 从连续测得的三维图像中选取同一晶粒, 以一次滑移为对象, 测量滑移线在不同应变量下台阶高度  $H_s$  的变化, 测量结果见图 7. 图中虚线分别是 5 个晶粒内一次滑移台阶的变化曲线, 实线为平均值. 从图 7 可以看出, 滑移台阶随应变量的增大而增大, 但是从初期到  $\epsilon \leq 0.07$ ,  $H_s$  几乎呈直线增加; 而  $\epsilon > 0.07$ , 增加速率逐渐减慢, 观察表明这一阶段是二次滑移开动并扩展阶段, 同时也是孪晶形成并增生阶段. 分析认为, 这是由于变形时的晶粒转动, 一次滑移由原来的软取向逐

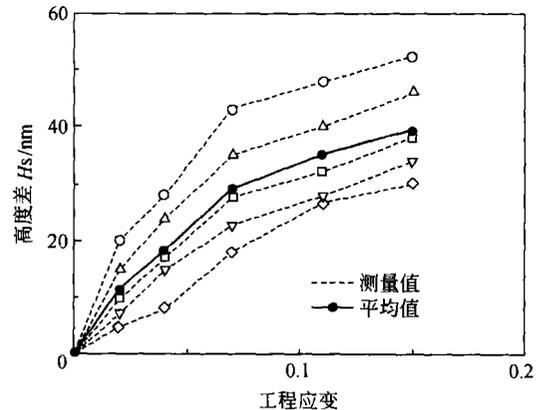


图 7 滑移台阶随应变量的变化

渐趋于硬取向, 滑移越来越困难所致. 观察还表明每个晶粒的滑移台阶的高度是不同的. 这是由于各个晶粒的晶体学取向不同所致.

### 3 结论

(1)  $\text{TiAl}_6\text{V}_4$  合金单轴拉伸变形时, 表面褶皱随应变 $\epsilon$ 的增加而增大, 初期形成的凹凸位置不随变形的进行而变化, 仅凹凸的高低差增大. 平均表面粗糙度及表面最大高低差随 $\epsilon$ 的增加呈S曲线型增大.

(2) 滑移主要发生在密排六方 $\alpha$ 相中,  $\epsilon < 0.07$  时变形主要以一次滑移为主,  $\epsilon > 0.07$  时二次滑移参与变形. 随着 $\epsilon$ 的增加, 一次滑移和二次滑移交互作用, 逐渐形成网状结构, 使塑性变形困难. 晶内的一次滑移台阶随应变量的增大而增大, 在 $\epsilon \leq 0.07$  这一阶段几乎呈直线增加, 而 $\epsilon > 0.7$  增加速率逐渐减慢.

### 参 考 文 献

- Mohai M, Toth A, Sajo I, et al. Plasma surface modification of Ti and TiAlV alloy. *Surface and Interface Analysis*, 2004, 36(8): 1155—1158
- Milosev I, Metikos-Hukovic M, Strehblow H. Passive film on orthopaedic TiAlV alloy formed in physiological solution investigated by X-ray photoelectron spectroscopy. *Biomaterials*, 2000, 21(20): 2103—2106
- Frauchiger L, Taborelli M, Descouts P. Structural characterization of  $\text{Ti}_{90}\text{Al}_6\text{V}_4$  alloy and sulphur segregation. *Applied Surface Science*, 1997, 115(3): 232—236
- Hisao Matsunaga, Yukitaka Murakami, Masanobu Kubota. Fatigue strength of Ti-6Al-4V alloys containing small artificial defects. *Material Science Research International*, 2003, 9(4): 263—265
- Takeji Abe, Shigeru Nagaki, Yutaka Okabe. Inhomogeneous deformation of grains and roughening of free surface of polycrystalline copper during compressive plastic deformation. *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*, 1984, A-51: 2036—2040
- Takeji Abe, Ichiro Shimizu, Taiyo Nishiyama. Three-dimensional observation of roughening of free surface during compressive plastic deformation of polycrystalline iron. *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*. 1991, A-57: 2587—2591.
- Ichiro Shimizu, Takeji Abe. Surface roughening and deformation of grain during compressive plastic deformation of polycrystalline iron. *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*, 1994, A-60: 2369—2376
- Ichiro Shimizu and Takeji Abe. Three dimensional evaluation of free surface roughening topography of aluminum sheet during various plastic strain paths. *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*, 2001, A-67: 1761—1765
- Li Yan, Abe T, Tada N. Continuous observation of tensile deformation of polycrystalline pure titanium by scanning probe microscope. *Journal of Japan Institute of Light Metals*, 2003, 53(7): 295—298
- Li Yan, Takeji Abe, Tada N. Continuous observation of tensile deformation of polycrystalline titanium by scanning probe microscope. *Journal of the Society of Materials Science Japan*, 2003, 52(10): 1174—1177
- Takeji Abe, Li Y, Tada N. Observation of tensile deformation behavior of polycrystalline titanium with scanning probe microscope. *Key Engineering Materials*, 2003, 233—236: 529
- 李 炎. 多晶体钛拉伸变形表面褶皱的形成及晶粒变形. *中国有色金属学报*, 2004, 14(7): 1078—1082
- Tegart W J M. *Elements of Mechanical Metallurgy*. New York: McGraw-Hill, 1966, 131
- Zhang. J P, Gu H C, Zhou H J. Tensile deformation and fracture in high purity titanium in situ observation by scanning electron microscopy. *Materials Science and Engineering*, 1989, A114: 89—95
- 李 炎, 长谷川明, 吴贻贵. 多晶体钛形变孪晶的电子显微分析. *河南科技大学学报*, 2004, 25(1): 5—7